

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

EPO 4 / 11798



**PRIORITY
DOCUMENT**

**SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)**

Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

Aktenzeichen:	10 2004 019 180.8
Anmeldetag:	16. April 2004
Anmelder/Inhaber:	Basell Polyolefine GmbH, 50389 Wesseling/DE
Bezeichnung:	Formmassen aus einem glasfaserverstärkten Olefinpolymerisat
IPC:	C 08 J, C 08 L, B 60 R

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 22. Juli 2004
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
 Im Auftrag



Letang

Formmassen aus einem glasfaserverstärkten Olefinpolymerisat

- 5 Die Erfindung betrifft eine Formmassen aus einem Olefinpolymerisat, insbesondere einem Propylenpolymerisat, enthaltend 5-50 Gew.-% Glasspinnfasern, die mittels eines Verträglichkeitsvermittlers an das Olefinpolymerisat gebunden sind, und 10^{-4} bis 1 Gew.-% eines Phthalocyaninpigmentes als Nukleierungsmittel.
- 10 Die Verstärkung von Olefinpolymerisaten mit Hilfe von Glasfasern ist seit langem bekannt. In der EP 663 418 A1 ist beispielsweise eine Polypropylenformmasse beschrieben, die mit Glasfasern verstärkt ist. Allerdings ist es für den Erhalt guter mechanischer Eigenschaften nötig, Verträglichkeitsvermittler oder Kopplungsmittel einzusetzen, die für eine gute Anbindung der Glasspinnfasern an die Polyolefinmatrix sorgt. Die Verträglichkeitsvermittler enthalten häufig zum
- 15 einen ein reaktiv-modifiziertes, mit dem Matrixpolymer kompatibles Polymer als Koppler, zum anderen eine Verbindung mit reaktiven polaren Gruppen, die einerseits an die Glasfaser und andererseits an den Koppler binden können.

- Die Nukleierung von unverstärkten Polymerisaten des Propylens zur Verbesserung der Steifigkeit und Festigkeit aber auch der Transparenz des daraus hergestellten Formkörpers ist ebenfalls allgemein üblich. Hierzu werden neben Natrium-Benzozat, Feintalk, Phosphatestersalzen, Sorbitolen, Chinacridonpigmenten und anderen auch Phthalocyaninpigmente als Nukleierungsmittel eingesetzt. Die Nukleierung führt im allgemeinen zu einer Verbesserung der Zugfestigkeit und Steifigkeit, allerdings nicht zu einer nennenswerten Verbesserung der Schlagzähigkeiten und oft zu einer reduzierten Streck- und Bruchdehnung.
- 20
- 25

- In Polymer 34, 4747 (1993) und in European Polymer Journal 32, 1425 (1996) wurde der Einfluss der Nukleierung auf Polypropylen-Glasfaserverbunde unter Einsatz von Natriumbenzoat als Nukleierungsmittel untersucht. Es wurde für die nukleierten Glasfaserverbunde ein um 10% erhöhter Elastizitätsmodul und um 10% erhöhte Zugfestigkeit gegenüber den nicht nukleierten Verbunden gefunden.
- 30

- Das Natriumbenzoat wie auch viele andere Nukleierungsmittel haben aufgrund ihres die Nukleierung verbessernden polaren Charakters den Nachteil, dass sie mit dem Koppler des Verträglichkeitsvermittlers reagieren können und so die Anbindung der Glasspinnfasern stören oder aufgrund ihres hohen Preises wirtschaftlich wenig attraktiv sind.
- 35
- MW

Ein besonderer Nachteil von Nukleierungsmitteln wie Natriumbenzoat ist die nur mäßige Heißwasser- und Dampfbeständigkeit der Polyolefinformmassen insbesondere bei Langzeitkontakt über mehrere Wochen oder Monate.

- 5 Der vorliegenden Erfindung lag daher die Aufgabe zugrunde, eine Polyolefinformmasse zur Verfügung zu stellen, die eine verbesserte Matrixanbindung der Glasspinnfasern und damit bessere mechanische Eigenschaften zeigt und preisgünstig erhältlich ist und die eine verbesserte Heißwasserbeständigkeit, insbesondere in Gegenwart von Dertgentien aufweist.
- 10 Es wurde nun überraschend gefunden, dass sich durch die Kombination aus Glasspinnfasern, die mittels eines Verträglichkeitsvermittlers an das Olefinpolymerisat gebunden sind, und einem Phthalocyaninpigment eine besonders gute Matrixanbindung der Glasspinnfasern im Matrixpolymer, insbesondere Propylenpolymerisat, erzielen lässt. Dementsprechend weisen die erfindungsgemäßen Formmassen ein Olefinpolymerisat auf enthaltend 5-50 Gew.-%
- 15 Glasspinnfasern und 10^{-4} bis 1 Gew.-%, bevorzugt 10^{-3} bis 10^{-1} Gew.-%, eines Phthalocyaninpigmentes als Nukleierungsmittel. Durch die geringen Kosten des Phthalocyaninpigments und die Tatsache, dass bereits ein sehr geringer Anteil des Phthalocyaninpigments im Polymer zu einer ausreichenden Nukleierung führt, ist eine äußerst preisgünstige Herstellung gewährleistet. Darüber hinaus zeichnet sich die Polyolefinformmasse
- 20 durch eine hervorragende Heißwasserbeständigkeit aus.

- Wesentlich für die erfindungsgemäße Polyolefinformmasse ist zum einen der Gehalt an 5 bis 50 Gew.-% Glasspinnfasern bezogen auf die Gesamtmasse. Bei den Glasspinnfasern kann es sich sowohl um geschnittene Glasspinnfasern mit einer Länge von etwa 3 bis 6 mm als auch um Lang-
- 25 Glasspinnfasern handeln, wobei die Verwendung von geschnittenen Glasspinnfasern bevorzugt ist. Weiterhin bevorzugt werden 10 bis 40 Gew.-%, besonders bevorzugt 20 bis 40 Gew.-% Glasspinnfasern verwendet.

- Bevorzugt ist die Verwendung von geschnittenen Glasspinnfasern, auch chopped strands
- 30 genannt. Durch die Nukleierung lässt sich bei der Verwendung der geschnittenen Glasspinnfasern die Steifigkeit von Formmassen mit langen Glasspinnfasern zu einem deutlich günstigeren Preis erreichen. Die eingesetzten Glasspinnfasern haben dabei bevorzugt eine Länge von 3 bis 6 mm, besonders bevorzugt 3 bis 4,5 mm und einen Durchmesser von 10 bis 80 μm , bevorzugt 12 bis 14 μm . Je nach Compoundier- und Spritzgieß-Bedingungen beträgt die
- 35 Länge der Glasfasern in der Formmasse (Granulat bzw. spritzgegossenes Fertigteil) 50 μm bis 3000 μm , bevorzugt 50 bis 1000 μm .

Zur Anbindung der Glasfasern an die Polyolefinmatrix wird ein polar funktionalisierter Verträglichkeitsvermittler eingesetzt. Zum einen können niedermolekulare Verbindungen

- eingesetzt werden, die ausschließlich dazu dienen, die Glasfasern weniger hydrophil und damit kompatibler mit dem Polymer zu machen. Geeignete Verbindungen sind beispielsweise Silane wie Aminosilane, Epoxysilane, Amidosilane oder Acrylsilane. Bevorzugt enthält der
- 5 Verbindung mit reaktiven polaren Gruppen. Bei dem funktionalisierten Polymer handelt sich bevorzugt um Pfropf- oder Blockcopolymere, die mit dem Matrixpolymer kompatibel sind. Für ein Propylenhomopolymer als Matrixkomponente ist beispielsweise bevorzugt, ein Pfropf- oder Blockcopolymers des Propylens als funktionalisiertem Polymer einzusetzen.
- 10 Hierbei sind solche Polymere bevorzugt, die als reaktive Gruppen Säureanhydride, Carbonsäuren, Carbonsäurederivate, primäre und sekundäre Amine, Hydroxyverbindungen, Oxazoline und Epoxide sowie ionische Verbindungen enthalten. Besonders bevorzugt ist der Einsatz eines Maleinsäureanhydrid gepfropften Propylenpolymerisats als funktionalisiertes
- 15 Polymer zu koppeln und somit fest an die Polyolefinmatrix zu binden. Es handelt sich zumeist um bifunktionelle Verbindungen, wobei die eine funktionelle Gruppe eine bindende Wechselwirkung mit den Glasspinnfasern eingehen kann und die zweite funktionelle Gruppe eine bindende Wechselwirkung mit dem funktionalisierten Polymer eingehen kann. Als niedermolekulare Verbindung werden bevorzugt Amino- und Epoxy-Silane, besonders bevorzugt Aminosilane
- 20 eingesetzt. Die Aminosilane binden mit den Silan-Hydroxy-Gruppen an die Glasfaser, während die Aminogruppen beispielsweise mit Maleinsäureanhydrid gepfropftem Polypropylen eine stabile Amidbindung ausbilden.
- Die Verträglichkeitsvermittler können dabei vorgefertigt eingesetzt oder in situ hergestellt werden.
- 25 Besonders vorteilhaft ist es, die niedermolekulare Komponente auf die Glasspinnfasern aufzubringen, bevor diese in die Polyolefinmatrix eingearbeitet wird. Das funktionalisierte Polymer lässt sich auf einfache Weise durch reaktive Extrusion des Matrixpolymers beispielsweise mit Maleinsäureanhydrid in situ erzeugen. Auch die Verwendung eines Masterbatches, der die Glasspinnfasern und die Verträglichkeitsvermittler vorgemischt enthält, ist möglich.
- 30 Weiterhin ist für die vorliegende Erfindung wesentlich, dass die glasfaserverstärkte Polypropylenformmasse mit einem Phthalocyaninpigment nukleiert ist. Die Phthalocyaninpigmente selbst sind allgemein bekannt und leiten sich vom Grundkörper des Phthalocyanins durch Einbau eines zentralen Metallions sowie durch Substitution des
- 35 Phthalocyaninrings ab. In der Praxis werden Kupfer, Nickel und Kobalt als Zentralatome in den Pigmenten verwendet, wobei Kupfer als Zentralatom bevorzugt ist. Der PhthalocyaninGrundkörper kann gegebenenfalls substituiert sein, insbesondere mit Chlor oder Bromatomen. Auch eine Substitution mit organischen Resten kann zur Abstimmung der Nukleierungseigenschaften vorgenommen werden. Als Phthalocyaninpigmente sind beispielsweise das unsubstituierte

Kupfer-Phthalocyanin (Phthalocyanin Blau,), Polychloriertes Kupfer-Phthalocyanin (Phthalocyanin Grün, $C_{32}H_2N_8Cl_{14}Cu$), Cobalt-Phthalocyanin ($C_{32}H_{16}N_8Co$), Nickel-Phthalocyanin ($C_{32}H_{16}N_8Ni$). Besonders bevorzugt ist das unsubstituierte Kupfer-Phthalocyanin.

- 5 Das unsubstituierte Kupfer-Phthalocyanin und das polychlorierte Kupfer-Phthalocyanin werden beispielsweise von der Firma Clariant, Frankfurt, DE unter den Bezeichnungen PV Echtblau bzw. PV Echtgrün vertrieben.

- 10 Der Anteil an Nukleierungsmittel beträgt zwischen 10^{-4} und 1 Gew.-% bezogen auf die Gesamtmasse. Bevorzugt ist die Verwendung von 10^{-3} bis 10^{-1} Gew.-%, besonders bevorzugt $5 \cdot 10^{-3}$ bis $5 \cdot 10^{-2}$ Gew.-% des Nukleierungsmittels.

- 15 Durch die Kombination aus Glasfaserverstärkung und Nukleierung mit Phthalocyaninpigmenten erhält man eine gegenüber dem Stand der Technik in Bezug auf die Steifigkeit und Zähigkeit verbesserte Formmasse. Weiterhin wird überraschenderweise bei gleichem Verträglichkeitsvermittler die Haftung der Glasspinnfaser an der Polyolefinmatrix deutlich verbessert, woraus eine verbesserte Rissausbreitung in der Formmasse resultiert. Weiterhin resultieren überraschenderweise aus der Nukleierung mit Phthalocyaninpigmenten deutlich verbesserte Langzeitstabilitäten der Zugfestigkeiten und Schlagzähigkeiten in Heißwasser und
- 20 heißen Detergentien, z.B. über Prüfzeiten von 1000 Stunden bei 95°C, gegenüber nicht nukleierten Glasfaser-verstärkten Vergleichsmustern. Vorteile in der Langzeitstabilität der erfindungsgemäßen Formmassen sind z.B. auch zu erkennen in den Langzeitprüfungen in wässrigen Detergentien entsprechend den UL Standards 2157 und 749 Prüfung über 138 Tage bei 82°C.

25

Besonderer Vorteil des Phthalocyaninpigments ist, dass dieses mit den üblichen Verträglichkeitsvermittlern weitgehend kompatibel ist, d.h. sich Nukleierungsmittel und Verträglichkeitsvermittler in ihrer Wirkung nicht oder kaum gegenseitig stören.

- 30 Die erfindungsgemäßen Formmassen sind erhältlich durch Aufschmelzen und Vermischen des Olefinpolymerisats mit dem Phthalocyaninpigment und den Glasspinnfasern, wobei das Vermischen in einer Mischapparatur bei Temperaturen von 180 bis 320°C, bevorzugt von 200 bis 280°C, besonders bevorzugt von 220 bis 260°C erfolgt. Als Mischapparaturen können hierbei insbesondere Extruder oder Knetter eingesetzt werden, wobei Zweischnellenextruder besonders
- 35 bevorzugt sind. Bei in Pulverform vorliegenden Polymeren wird zweckmäßigerweise eine Vormischung des Polymeren mit dem Nukleierungsmittel sowie ggf. weiteren Zusatzstoffen bei Zimmertemperatur in einer Mischapparatur erfolgen. Die Vermischung des Olefinpolymerisats mit dem Nukleierungsmittel und den Glasfasern kann in einem Schritt aber auch in mehreren Schritten erfolgen. Es ist bevorzugt, in der Mischapparatur zunächst das Olefinpolymerisats mit

dem Nukleierungsmittel und weiteren Additiven aufzuschmelzen und zu vermischen und anschließend die Glasspinnfasern mit der Schmelze zu vermischen, um die Abrasion in der Mischvorrichtung und den Faserbruch zu vermindern.

- 5 Als Matrixkomponente der erfindungsgemäßen Formmasse kommen Homopolymere und Copolymere von alpha-Olefinen mit 2 bis 12 C-Atomen in Frage, beispielsweise von Ethylen, Propen, 1-Buten, 1-Hexen oder 1-Octen. Weiterhin geeignet sind Copolymere und Terpolymere, die zusätzlich zu diesen Monomeren weitere Monomere, insbesondere Diene, enthalten, wie beispielsweise Ethyldennorbornen, Cyclopentadien oder Butadien.

10

Bevorzugte Matrixkomponenten sind Polyethylen, Polypropylen, Polybutylen und/oder Copolymere von Ethen mit Propen, 1-Buten, 1-Hexen oder 1-Octen. Grundsätzlich kann hiervon jeder handelsübliche Typ eingesetzt werden. So kommen beispielsweise infrage: lineares Polyethylen hoher, mittlerer oder niedriger Dichte, LDPE, Ethylencopolymere mit kleineren

- 15 Mengen (bis maximal ca. 40 Gew.-%) an Comonomeren wie Propen, 1-Buten, 1-Hexen, 1-Octen, n-Butylacrylat, Methylmethacrylat, Maleinsäureanhydrid, Styrol, Vinylalkohol, Acrylsäure, Glycidylmethacrylat o. ä., isotaktisches oder ataktisches Homopolypropylen, Randomcopolymere von Propen mit Ethen und/oder 1-Buten, Ethylen-Propylen-Blockcopolymere und dergleichen mehr. Derartige Polyolefine können auch eine Schlagzähkomponente wie z. B. EPM- oder EPDM-
20 Kautschuk oder SEBS enthalten.

Bei der Verwendung von Polyethylen als Matrixkomponente sollte der Comonomeren-Gehalt der Ethylencopolymere 1 mol % der Gesamtmenge eingesetzter Monomere nicht überschreiten.

Bevorzugte Comonomere sind 1-Olefine, besonders bevorzugte Comonomere sind 1-Buten, 4-

- 25 Methyl-1-penten, 1-Hexen und 1-Octen. Weiterhin kann es sich bei dem Polyethylen auch um ein Blend aus zwei oder mehreren Polyethylen-Komponenten handeln.

Besonders bevorzugt ist die Verwendung eines Propylenpolymerisats als Matrixkomponente. Als Propylenpolymerisat kann dabei insbesondere ein Propylenhomopolymerisat oder aber ein

- 30 Propylencopolymerisat mit bis zu 30 Gew.-% einpolymerisierter anderer Olefine mit bis zu 10 C-Atomen verwendet werden. Solche anderen Olefine sind insbesondere C₂-C₁₀-1-Alkene wie Ethylen, 1-Buten, 1-Penten, 1-Hexen, 1-Hepten oder 1-Octen, wobei Ethylen, 1-Buten oder Ethylen und 1-Buten bevorzugt eingesetzt werden. Besonders bevorzugt ist die Verwendung von Propylenhomopolymerisaten.

35

Die Copolymerisate des Propylens sind hierbei Block- oder Impactcopolymerisate oder bevorzugt statistische Copolymerisate. Sofern die Copolymerisate des Propylens statistisch aufgebaut sind, enthalten sie im allgemeinen bis zu 15 Gew.-%, bevorzugt bis zu 6 Gew.-%, besonders bevorzugt bis zu 2 Gew.-% andere Olefine mit bis zu 10 C-Atomen, insbesondere Ethylen, 1-Buten oder ein
40 Gemisch aus Ethylen und 1-Buten als Comonomere. Die Block- oder Impactcopolymerisate des

Propylens sind Polymerisate, bei denen man in der ersten Stufe ein Propylenhomopolymerisat oder ein statistisches Copolymerisat des Propylens mit bis zu 15 Gew.-%, bevorzugt bis zu 6 Gew.-%, besonders bevorzugt bis zu 2 Gew.-%, anderer Olefine mit bis zu 10 C-Atomen als Comonomere herstellt und dann in der zweiten Stufe ein Propylen-Ethylen-Copolymerisat mit Ethylengehalten von 15 bis 99 Gew.-%, wobei das Propylen-Ethylen-Copolymerisat zusätzlich noch weitere C₄-C₁₀-Olefine enthalten kann, hinzupolymerisiert. In der Regel wird soviel des Propylen-Ethylen-Copolymerisats hinzupolymerisiert, daß das in der zweiten Stufe erzeugte Copolymerisat im Endprodukt einen Gehalt von 3 bis 90 Gew.-% aufweist. Die statistischen Copolymerisate des Propylens sind Polymerisate, bei denen man in der ersten Stufe ein Propylenhomopolymerisat oder ein statistisches Copolymerisat des Propylens mit bis zu 15 Gew.-%, bevorzugt bis zu 6 Gew.-%, besonders bevorzugt bis zu 2 Gew.-%, anderer Olefine mit bis zu 10 C-Atomen als Comonomere herstellt und dann in der zweiten Stufe ein Propylenhomopolymerisat oder ein statistisches Copolymerisat des Propylens mit bis zu 15 Gew.-%, bevorzugt bis zu 6 Gew.-% (besonders bevorzugt bis zu 2 % Comonomere), anderer Olefine mit bis zu 10 C-Atomen hinzu polymerisiert. Die Polymeren der beiden Stufen unterscheiden sich durch die Molmasse und den Comonomergehalt. Der Ethylengehalt des Blends beträgt 15 Gew.-% oder bevorzugt bis zu 6 Gew.-% und besonders bevorzugt bis zu 3 Gew.-% Comonomere.

Es wird bevorzugt ein isotaktisches Polypropylen mit einem xylolunlöslichen Anteil von über 95%, bevorzugt von über 97% eingesetzt. Das Polyolefin hat im allgemeinen einen MFR (230 °C / 2,16 kg) von 0,2 bis 200 g/10 min nach ISO 1133, bevorzugt zwischen 0,5 und 100 g/10 min und besonders bevorzugt zwischen 2 und 30 g/10 min. Bevorzugt sind weiterhin Polypropylenformmassen mit einer monomodalen Molmassenverteilung.

Die erfindungsgemäßen Formmassen können weiterhin übliche Zusatzstoffen und Hilfsmittel, wie z.B. Stabilisatoren gegen schädliche Verarbeitungseinflüsse, Antioxidantien gegen Wärmeoxidation und Alterung, UV-Einfluss, Neutralisierungsmittel, Füllstoffe, organische und anorganische Pigmente bzw. Pigmentzubereitungen wie beispielsweise Rußdispersionen in Polyolefinen, Antistatika, unpolare Wachse oder spezielle niedermolekulare Gleit- und Schmiermittel enthalten. UV-Stabilisatoren, insbesondere monomere und oligomere HALS, Antistatika und polare Wachse sowie Stearate sind für die erfindungsgemäßen Formmassen weniger bzw. allenfalls in sehr niedrigen Konzentrationen geeignet, da diese mit dem Koppler des Verträglichkeitsvermittlers ebenfalls reagieren können und damit die Effizienz der Kopplung reduzieren. Die Menge an Zusatzstoffen und Hilfsmitteln sollte aber 10 Gew. % bezogen auf die Gesamtmenge des Materials, bevorzugt 5 Gew.% nicht überschreiten. Aus optischen Gründen kann es sich auch empfehlen, durch Zusatz entsprechender geeigneter Farbpigmente zu den erfindungsgemäßen Formmassen diese in einer anderen, bevorzugt dunkleren Farbe einzufärben.

Die in den erfindungsgemäßen Formmassen verwendeten Olefinpolymerisate können mit allen gängigen Verfahren und Katalysatoren erhalten werden. Bevorzugt ist die Polymerisation der entsprechenden Monomere mittels eines Ziegler-Natta-Katalysators, eines Phillips-Katalysators auf Chromoxid-Basis oder eines Metallocenkatalysators. Unter Metallocenen sollen hier

- 5 Komplexverbindungen aus Metallen der Gruppen 3 bis 12 des Periodensystems mit organischen Liganden verstanden werden, die zusammen mit metalloceniumionenbildenden Verbindungen wirksame Katalysatorsysteme ergeben.

Zur Herstellung der Olefinpolymerisate können die üblichen, für die Polymerisation von C_2-C_{10} -

- 10 Olefinen verwendeten Reaktoren eingesetzt werden. Geeignete Reaktoren sind u.a. kontinuierlich betriebene horizontale oder vertikale Rührkessel, Umlaufreaktoren, Schleifenreaktoren, Stufenreaktoren oder Wirbelbettreaktoren. Die Größe der Reaktoren ist für die Herstellung der erfindungsgemäßen Formmassen nicht von wesentlicher Bedeutung. Sie richtet sich nach dem Ausstoß, der in der oder in den einzelnen Reaktionszonen erzielt werden soll. Das
- 15 Polymerisationsverfahren kann einstufig oder mehrstufig ausgeführt werden. Es kann in der Gasphase, in Masse oder Suspension oder einer Kombination daraus polymerisiert werden.

Die erfindungsgemäße Formmasse eignet sich insbesondere für die Herstellung von Kraftfahrzeugteilen, die hohe Anforderungen an die Steifigkeit und Zähigkeit des Materials stellen.

- 20 Besonders vorteilhaft ist die Verwendung in dunkel eingefärbten oder mit einer Dekorschicht versehenen Kraftfahrzeugteilen wie beispielsweise Frontends oder Armaturentafelträger, bei denen die durch das Phthalocyaninpigment hervorgerufenen Blaufärbung überdeckt wird. Aus der erfindungsgemäßen Formmasse hergestellte Formkörper sind durch ihre verbesserte Steifigkeit und Zähigkeit selbst beim Einsatz geschnittener Glasspinnfasern für Anwendungen geeignet, die
- 25 bisher langfaserverstärkten Propylenpolymerisaten vorbehalten waren.

Weiterhin zeichnet sich die erfindungsgemäße Formmasse durch ein sehr gutes Zeitstandverhalten gegenüber Heißwasser und Detergentien aus. Sie lässt sich daher besonders vorteilhaft als Material für Formkörper einsetzen, die dem Kontakt mit Heißwasser, Wasch- und

30 Spüllaugen und anderen aggressiven Materialien ausgesetzt sind. Weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist daher die Verwendung der erfindungsgemäßen Formmasse als Waschlaugenbehälter (bevorzugt nicht sichtbar) in Waschmaschinen sowie Waschlaugenbehälter, hergestellt aus der erfindungsgemäßen Formmasse, weiterhin aber auch die Verwendung für Wasser und Laugenpumpen-Gehäuse.

35

40

Beispiel 1

a) Herstellung der glasfaserverstärkte Polypropylenformmasse:

- 5 Die folgenden Gewichtsanteile beziehen sich jeweils auf die Gesamtmasse des Polymerformmasse, soweit nichts anderes angegeben ist.

68,19 Gew.-% Polypropylenhomopolymerisat (Moplen HF500H, Basell Polyolefine, Deutschland, MFR (230°C, 2,18 kg) = 1,2g/10min) wurden in einem Zweischnckenextruder (ZSK 53) mit 30
10 Gew.-% einer Kurzglasfaser (Chopped strands ECS 03T-T480, NEG) mit einer Länge von 3mm und einem Durchmesser von 13µm versetzt. Die Kurzglasfasern wurden dabei in die Polymerformmasse-Schmelze bei Element 3 oder 4 des 10 schüssigen Zweischnckenextruders dosiert. Dem Polypropylenhomopolymerisat wurden gleichzeitig weiterhin 0,01 Gew.-% Phthalocyanin Blau 15:3 (PV-Echtblau 2GL SP, Clariant) als Nukleierungsmittel, 1,2 Gew.-%
15 Polybond 3200 (Firma Crompton) als Verträglichkeitsvermittler, 0,1 Gew.-% eines anorganischen Säurefängers sowie 0,5 Gew.-% einer Stabilisator-Kombination aus einem phenolischen Antioxidans, Thio-dipropionsäure-distearylester und einem Di-tert.-butyphenyl-Phosphit zugesetzt.

b) Heißwasserprüfung

20

Die Polypropylenformmasse aus Beispiel 1 wurde in einer Spritzgussmaschine zu Probekörpern gemäß DIN EN ISO 527-2 und DIN EN ISO 179/1 verarbeitet.

25 An den Probekörpern wurde die Bruchspannung und der Zug-E-Modul nach ISO 527-2 und -1 bestimmt. Weiterhin wurde die Charpy-Schlagzähigkeit nach DIN EN ISO 179/1eU gemessen.

Die Probekörper wurden in einem temperierbaren Bad bei einer Temperatur von 95 °C in entmineralisiertem Wasser eingelagert. Je nach Anwendung bzw. Anforderungen können auch verschiedene Detergentien mit definierten Konzentrationen zugegeben werden.

30

Nach der entsprechenden Zeit wurden jeweils mindestens 5 Probekörper entnommen und wiederum die Bruchspannung und der Zug-E-Modul nach DIN EN ISO 527-2 bestimmt als Mittelwert aus 5-10 Einzelmessungen. Auf dieselbe Art und Weise wurde die Charpy-Schlagzähigkeit nach DIN EN ISO 179/1eU ermittelt.

35

Die Prüfungsergebnisse sind in den Tabellen 1 bis 3 und in den Figuren 1 bis 3 zusammengestellt.

40

Beispiel 2

Beispiel 1 wurde wiederholt mit einem Gehalt von 0,05 Gew.-% Phthalocyanin Blau 15:3 (PV-Echtblau 2GL SP, Clariant). Die Menge des Polypropylens wurde auf insgesamt 100 Gew.-%

5 Gesamtmasse des Polymerformmasse angepasst.

Vergleichsbeispiel 3

Beispiel 1 wurde wiederholt mit einem Gehalt von 0,1 Gew.-% Natrium-Benzoat als
10 Nukleierungsmittel. Die Menge des Polypropylens wurde auf insgesamt 100 Gew.-%
Gesamtmasse des Polymerformmasse angepasst.

Vergleichsbeispiel 4

15 Beispiel 1 wurde wiederholt mit einem Gehalt von 0,3 Gew.-% Natrium-Benzoat als
Nukleierungsmittel. Die Menge des Polypropylens wurde auf insgesamt 100 Gew.-%
Gesamtmasse des Polymerformmasse angepasst.

20

25

30

35

40

Tabelle 1: Bruchspannung in Abhängigkeit von der Dauer des Heißwasserkontaktes

Prüfdauer [Tage]	Bruchspannung [MPa]			
	Beispiel 1 [◊]	Beispiel 2 [□]	Vergleichsbeispiel 3 [▽]	Vergleichsbeispiel 4 [○]
0	82,6	88,2	91,9	92,5
1	81,5	87,0	82,1	81,5
3	81,7	87,4	77,2	72,9
5	79,4	84,7	70,2	66,2
10	78,5	82,8	65,1	59,8
20	73	76,5	57,4	50,6
30	71,5	73,8	55,0	48,4
40	69,4	71,4	53,4	48,4

Tabelle 2: Zug-E-Modul in Abhängigkeit von der Dauer des Heißwasserkontaktes

Prüfdauer [Tage]	Zug-E-Modul [MPa]			
	Beispiel 1 [◊]	Beispiel 2 [□]	Vergleichsbeispiel 3 [▽]	Vergleichsbeispiel 4 [○]
0	6615	6692	6659	6679
1	6400	6530	6467	6440
3	6518	6670	6636	6514
5	6463	6607	6424	6284
10	6523	6579	6373	6134
20	6102	6239	5903	5445
30	6174	6373	6077	5570
40	6091	6134	5923	5496

Tabelle 3: Charpy-Schlagzähigkeit in Abhängigkeit von der Dauer des Heißwasserkontaktes

Prüfdauer [Tage]	Charpy-Schlagzähigkeit [kJ/m ²]			
	Beispiel 1 [◊]	Beispiel 2 [◻]	Vergleichsbeispiel 3 [▽]	Vergleichsbeispiel 4 [◦]
0	42,1	45,7	49,0	48,1
1	31,7	32,8	25,0	24,4
3	28,7	30,4	21,1	18,3
5	24,7	28,7	17,0	17,9
10	24,7	25,9	15,7	16,2
20	21,0	21,5	14,1	16,9
30	19,8	19,3	14,4	16,0
40	18,3	17,7	14,7	17,4

Man erkennt, dass der Abfall der Bruchspannung und des Zug-E-Moduls sowie der Charpy Schlagzähigkeit überraschenderweise bei dem mit Phthalocyanin nukleierten glasfaserverstärkten Polypropylenformmassen (Symbole ◊ und ◻) deutlich geringer ausfällt als bei den mit Natriumbenzoat nukleierten (Symbole ▽ und ◦).

Patentansprüche

1. Formmassen aus einem Olefinpolymerisat enthaltend
 - 5 a) 5 bis 50 Gew.-% Glasspinnfasern, die mittels eines Verträglichkeitsvermittlers an das Olefinpolymerisat gebunden sind, und
 - b) 10^{-4} bis 1 Gew.-%, insbesondere 10^{-3} bis 10^{-1} Gew.-%, eines Phthalocyaninpigments als Nukleierungsmittel.
- 10 2. Formmasse nach Anspruch 1, wobei das Olefinpolymerisat ein Propylenpolymerisat ist.
3. Formmasse nach Anspruch 1 oder 2, wobei es sich bei den Glasspinnfasern um geschnittene Glasspinnfasern handelt.
- 15 4. Formmasse nach einem der Ansprüche 1 bis 3 enthaltend 10 bis 40, insbesondere 20 bis 40 Gew.-% Glasspinnfasern.
5. Formmasse nach einem der Ansprüche 1 bis 4, wobei der Verträglichkeitsvermittler ein mit polaren Gruppen funktionalisiertes Olefinpolymerisat, insbesondere Propylenpolymerisat, umfasst.
- 20 6. Formmasse nach Anspruch 5, wobei der funktionalisierte Verträglichkeitsvermittler ein mit Maleinsäureanhydrid gepfropftes Olefinpolymerisat und ein Aminosilan oder Epoxysilan umfasst.
- 25 7. Formmasse nach einem der Ansprüche 2 bis 6, wobei das Propylenpolymerisat ein Propylenhomopolymerisat ist.
- 30 8. Formmasse nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das Olefinpolymerisat eine Schmelze-Masse Fließrate nach ISO 1133 bei 230 °C und 2,16 kg von 0,5 und 100 g/10 min, bevorzugt zwischen 2 und 30 g/10 min aufweist.
- 35 9. Verfahren zur Herstellung der Formmassen nach einem der vorangehenden Ansprüche, wobei in einer Mischapparatur zunächst das Propylenpolymerisats mit dem Nukleierungsmittel bei Temperaturen von 180 bis 320°C aufgeschmolzen und vermischt wird und anschließend die Glasspinnfasern mit der Schmelze vermischt werden.

10. Verwendung der Formmassen nach einem der Ansprüche 1 bis 8 als Formkörper für den Automobilbau oder als Waschlaugenbehälter, Wasserpumpen- und Laugenpumpen-Gehäuse.
- 5 11. Waschlaugenbehälter, Wasserpumpen- und Laugenpumpen-Gehäuse erhalten aus den Formmassen gemäß einem der Ansprüche 1 bis 8.
12. Kraftfahrzeugteil, insbesondere Verkleidungsteil eines Kraftfahrzeugs, erhalten aus den Formmassen gemäß einem der Ansprüche 1 bis 8.

10

15

20

25

30

35

40

Zusammenfassung

Formmassen aus einem glasfaserverstärkten Olefinpolymerisat

- 5 Die Erfindung betrifft eine glasfaserverstärkte Formmasse aus einem Olefinpolymerisat, insbesondere einem Propylenpolymerisat. Die Formmasse weist ein Olefinpolymerisat auf, das 5-50 Gew.-% Glasspinnfasern, die mittels eines Verträglichkeitsvermittlers an das Olefinpolymerisat gebunden sind, und 10^{-4} bis 1 Gew.-%, bevorzugt 10^{-3} bis 10^{-1} Gew.-%, eines Phthalocyaninpigmentes als Nukleierungsmittel enthält. Durch die geringen Kosten und die
- 10 Tatsache, dass bereits ein sehr geringer Anteil des Phthalocyaninpigments im Polymer zu einer ausreichenden Nukleierung führt, ist eine äußerst preisgünstige Herstellung gewährleistet. Die Nukleierung mit dem Phthalocyaninpigment führt zu einer Verbesserung der Schlagzähigkeit sowie der Streck- und Bruchdehnung der Formmasse.

15

20

25

30

35

40

Fig. 1

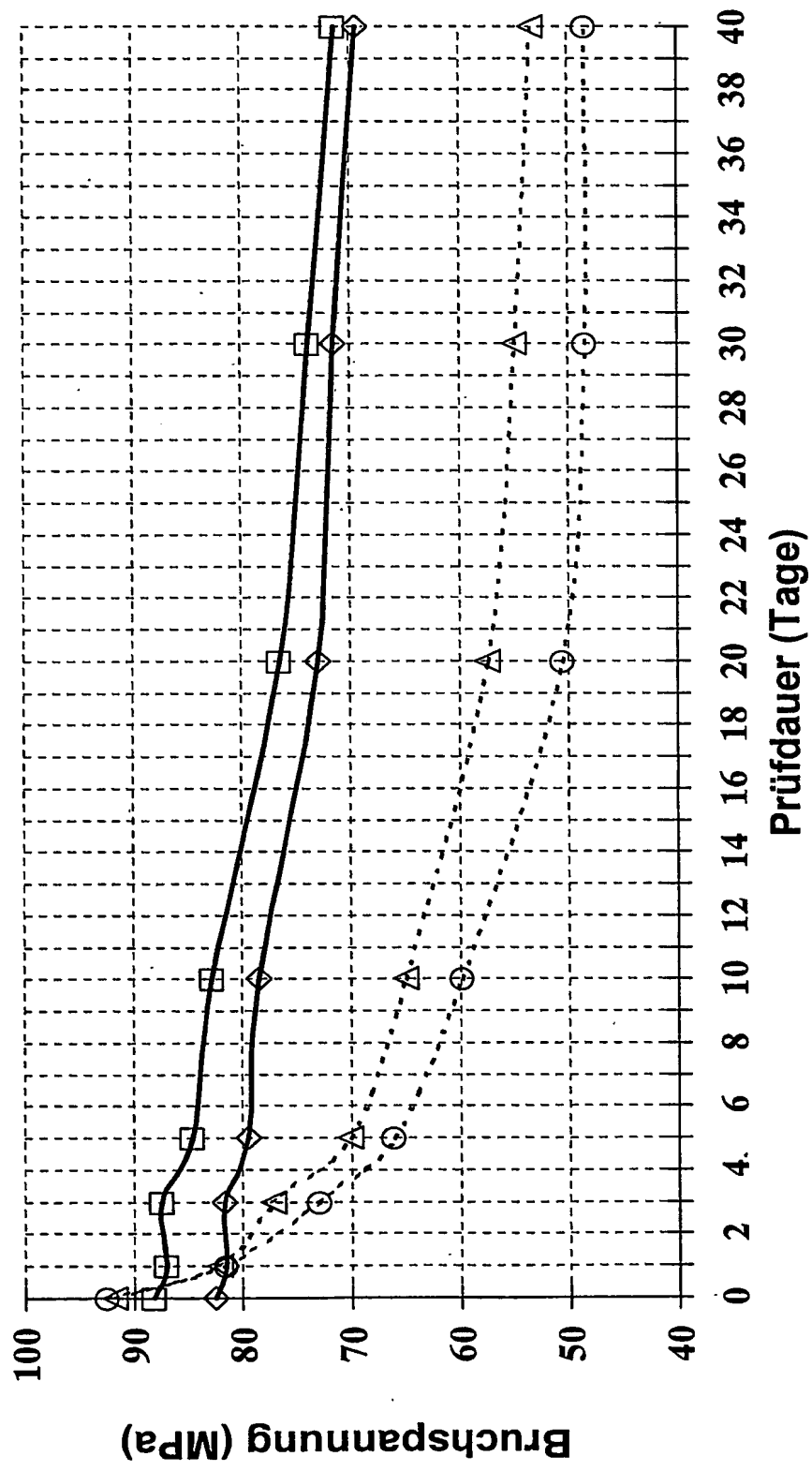


Fig. 2

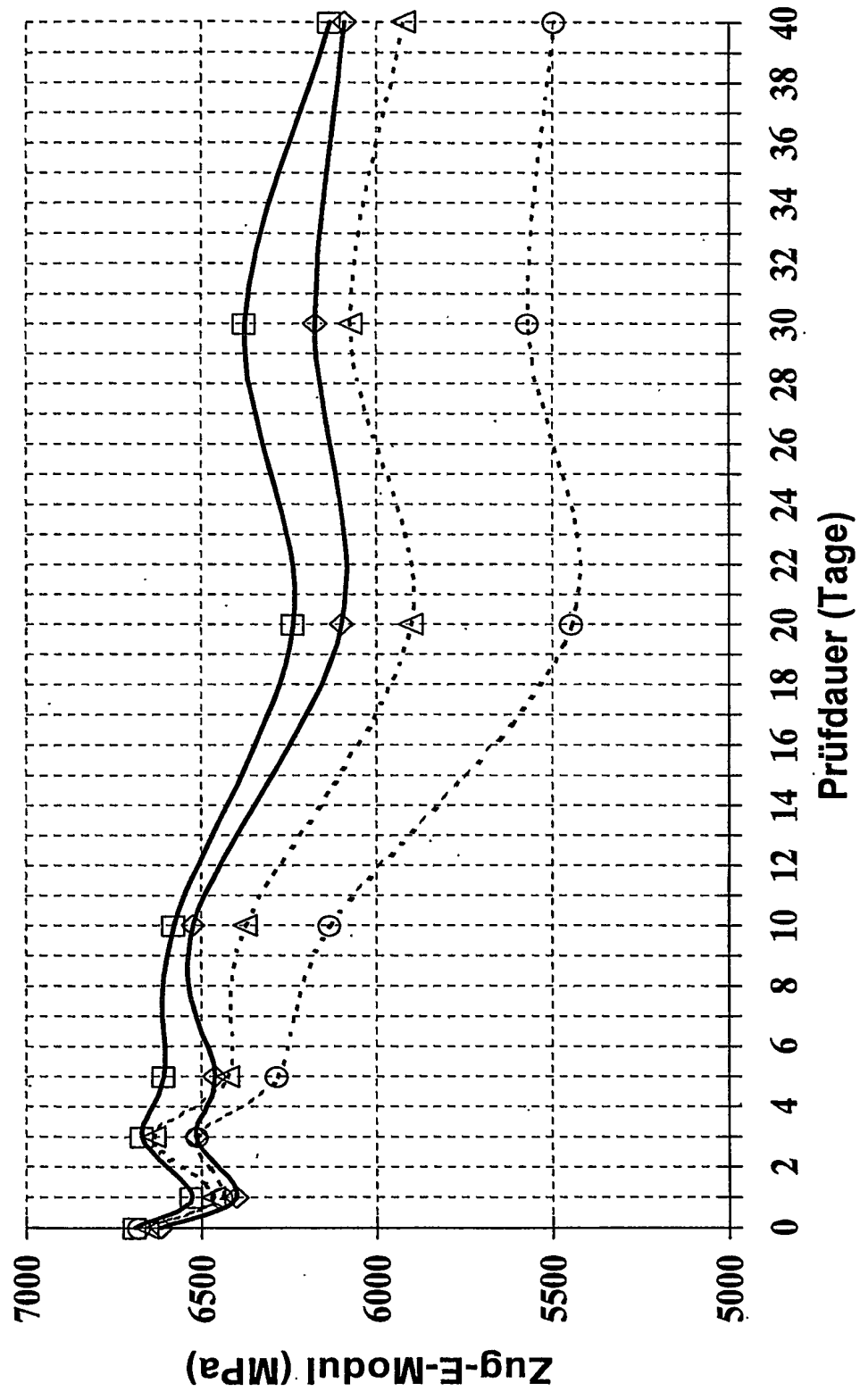


Fig. 3

